CRIOSCÓPIO

PZL - 900

MANUAL DE OPERAÇÃO – Rev.1.0

Fone: (43) 3337-0008
Rua Bélgica, 355 D-1
CEP 86046-280 - Londrina-PR
www.pzltecnologia.com.br

HISTÓRICO DE REVISÃO

Data	Revisão	Modificado por	Descrição
25/04/2011	1.0	Engenharia - PZL	Formatação do arquivo, várias modificações e correções do texto.

Sua cópia impressa pode ser de uma versão anterior. A versão mais recente deste manual pode ser obtida em nosso site: http://www.pzltecnologia.com.br

ÍNDICE

1 INTRODUÇÃO

Crioscópios são aparelhos utilizados para determinar com extrema precisão a concentração de soluções através de seu ponto de congelamento. Falando particularmente em leite, o crioscópio permite determinar a quantidade de água contida em uma amostra de leite.

O funcionamento desse aparelho consiste basicamente em um controle cuidadoso do resfriamento e congelamento de pequenas amostras de solução (leite) e de sensores eletrônicos de temperatura extremamente sensíveis para a medida da temperatura dessas amostras, particularmente de seu ponto de congelamento único.

Este manual de operação foi desenvolvido para auxiliá-lo no conhecimento e entrosamento com o **CRIOSCÓPIO DIGITAL MICROPROCESSADO PZL-900**, contendo todas as informações necessárias para isto. Portanto, antes de colocar seu crioscópio em operação, leia com atenção os capítulos seguintes onde se explana todas as funções, cuidados e pontos importantes que deverão ser observados para que a utilização deste aparelho se torne eficiente e confiável.

Apesar das exaustivas pesquisas para desenvolver um produto tecnicamente perfeito, poderão ocorrer falhas devido à grande complexidade tecnológica que envolve este equipamento, mesmo sob o rigoroso Controle de Qualidade dos componentes em nossa empresa. Portanto, se houver dúvida a respeito do funcionamento e operação do crioscópio, que este manual não especifique, solicitamos entrar em contato com nosso Departamento Técnico por meio do telefone: (43) 3337- 0008 para sua maior comodidade e rapidez.

2 ESPECIFICAÇÕES TÉCNICAS

FAIXA DE USO: Índice de crioscopia de -422mºH a -621mºH.

TEMPO MÉDIO DE ANÁLISE: Aproximadamente 2,5 minutos.

VOLUME DE LEITE POR ANÁLISE: 2,5 ml.

VOLUME DO BANHO REFRIGERADOR: 500 ml.

SOLUÇÃO DO BANHO REFRIGERADOR:

- 1 parte de Água Destinada
- 1 parte de Glicerina
- 2 partes de Álcool Líquido

RESOLUÇÃO: 1mºH ou 0,2% de água.

PRECISÃO: 2mºH ou 0,4% de água (Repetitividade à temperatura ambiente constante).

TEMPERATURA DE OPERAÇÃO: Ambiente.

TEMPO DE AQUECIMENTO: 01h00

TEMPO DE RESFRIAMENTO DO BANHO: 25 minutos.

DESVIO DE LEITURA: ±3mºH / 5ºC

LEITURA: Mostrador Digital.

ALIMENTAÇÃO: 220 Volts – 60 Hertz.

FUSÍVEL: 5 A – pequeno.

DIMENSÕES: 330x370x370 mm

PESO: 40 Kg (aprox.)

TERMÔMETRO

- Faixa = -11ºC a +54ºC
- Resolução = 0,5ºC

3 ACESSÓRIOS

- Os seguintes acessórios acompanham o **CRIOSCÓPIO PZL-900**:
- 01 frasco de solução padrão "422"
- 01 frasco de solução padrão "621"
- 24 tubos de ensaio em pyrex
- 01 suporte com capacidade para 24 tubos de ensaio
- 01 fusível de 5A
- 01 caixa de madeira revestida com espuma para transporte
- Manual de operação

O **CRIOSCÓPIO DIGITAL MICROPROCESSADO PZL-900** é fornecido acondicionado em uma caixa de madeira com alças, acolchoada internamente com espuma de látex, facilitando seu transporte e protegendo o aparelho durante viagens. Um diagrama da caixa é exibido abaixo:
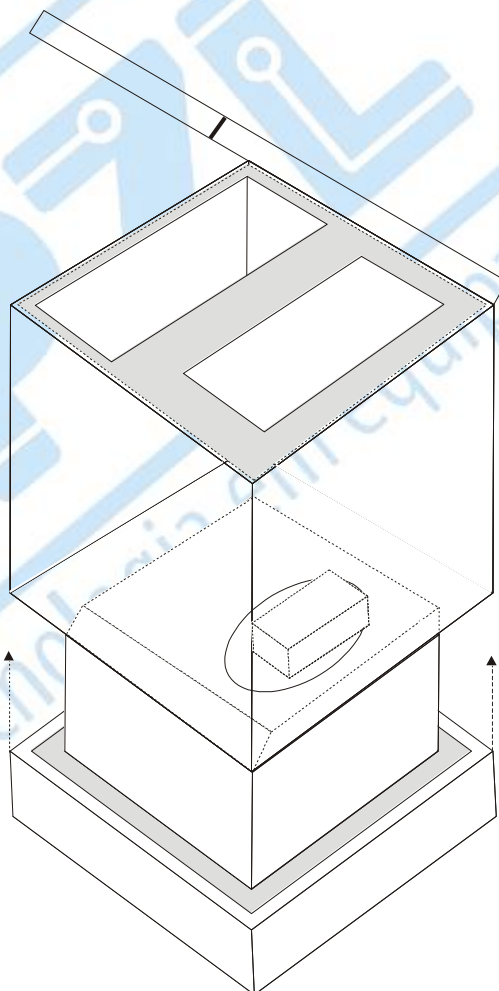
Figura 1: Caixa de transporte do CRIOSCÓPIO PZL-900.

4 TEORIA

Neste item serão abordados alguns tópicos importantes referentes ao embasamento teórico necessário ao perfeito entendimento do funcionamento do crioscópio.

4.1 Escala Hortvet (H)

Julius Hortvet foi pioneiro na utilização do ponto de congelamento como análise qualitativa do leite. Em seus estudos, no início deste século, chegou à conclusão de que 7% e 10% de sacarose congelavam em -0,422ºC e -0,621ºC respectivamente. Estudos posteriores mediram essas temperaturas com maior precisão chegando aos valores -0,408ºC e -0,600ºC. No entanto, a essa altura os valores de Hortvet já haviam criado um padrão para crioscopias de leite, sendo adotados internacionalmente. Felizmente esse fato não gerou problemas, desde que as medidas da quantidade de água adicionada ao leite são relativas (não absolutas), ou seja, se a escala utilizada for a mesma (Celsius, Hortvet ou qualquer outra) os valores sempre serão consistentes.

Para estar de acordo com a Federação Internacional de Laticínios, o seu **CRIOSCÓPIO PZL-900** é calibrado em valores Hortvet com as soluções de -0,422ºH e -0,621ºH.

Caso deseje encontrar os valores Celsius correspondentes, utilize o fator de conversão 600/621, ou seja:

$$^{\circ}\mathrm{C} = \left(\frac{600}{621}\right) \times {}^{\circ}\mathrm{H}$$

Por exemplo, os valores -0,422ºH e -0,621ºH, utilizando a expressão acima, correspondem a -0,408ºC e -0,600ºC respectivamente.

4.2 Temperatura de Congelamento x Porcentagem de Água

Hortvet baseou-se no fato de que o ponto de congelamento da água pura é de 0ºH e o ponto de congelamento médio do leite puro está próximo a -0,540ºH. Assim, pela mudança no ponto de congelamento do leite pode-se determinar a quantidade de água adicionada a este leite. Para melhor compreensão veja o gráfico (Figura 2) abaixo:
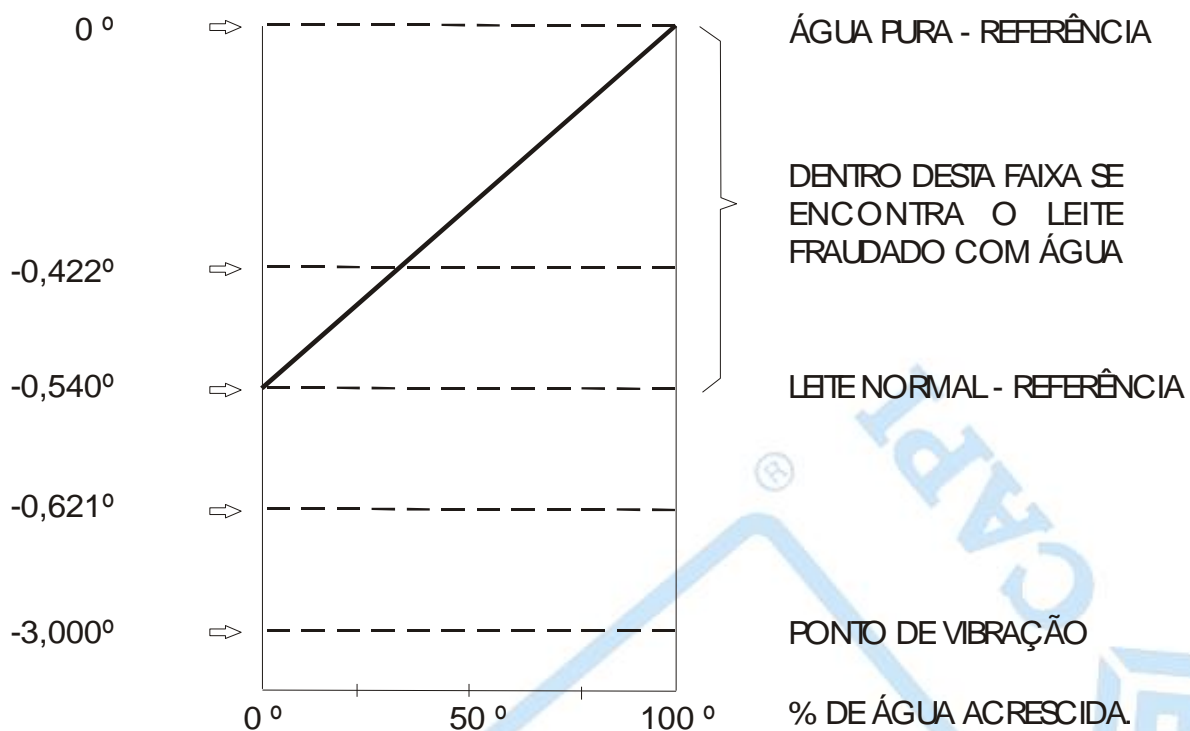
Figura 2: Curva valores Hortvet x % de água.

O eixo vertical representa a escala Hortvet onde se podem ver os pontos de água pura (0ºH), leite puro (-0,540ºH), resfriamento máximo (-3,000ºH) e de calibração (-0,422ºH e -0,621ºH). Podemos ainda ver as faixas de leite com água (0ºH a -0,540ºH) e de calibração (-0,422ºH a -0,621ºH) onde a leitura é linear.

O eixo horizontal representa a porcentagem de água adicionada ao leite. A linha em negrito é a curva que relaciona a temperatura de congelamento com a porcentagem de água adicionada.

Lembre-se que a curva de resposta de sensor é linear e precisa dentro dos limites de -0,422ºH e -0,621ºH para a qual foi calibrada e dentro dos quais devemos encontrar os resultados do leite analisado. Fora desta faixa os resultados perdem o interesse para análise de leite e podem apresentar desvios normais por estarem fora da escala calibrada.

4.3 Ponto de Congelamento

É a temperatura na qual uma solução muda do estado líquido para o sólido. O meio mais rápido de atingir o ponto de congelamento de uma solução é resfriar essa solução alguns graus abaixo do seu ponto de congelamento e, então, aplicar uma rápida vibração mecânica. No caso do **CRIOSCÓPIO PZL-900**, essa vibração é aplicada automaticamente quando a temperatura da solução atinge -3,000ºH, formando gelos cristalizados. Após a vibração, esse processo gera um desequilíbrio térmico fazendo com que a solução libere o calor de fusão, o que fará sua temperatura aumentar até atingir a temperatura de congelamento. A solução então permanecerá nesta temperatura durante um determinado tempo, veja Figura 3:
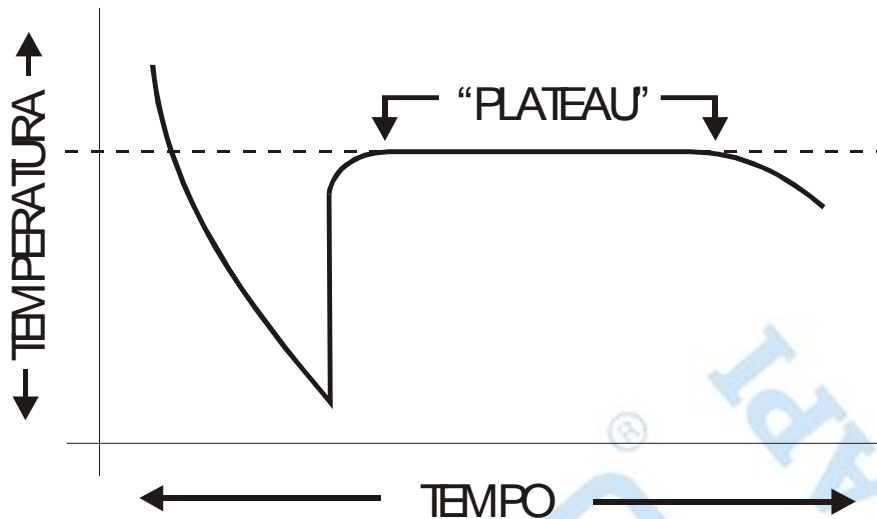
Figura 3: PLATEAU.

Este tempo é denominado de "PLATEAU". No **CRIOSCÓPIO PZL-900** o PLATEAU é de 14 segundos, quando é feita a medida. Portanto, a temperatura na qual o PLATEAU ocorre é uma função da concentração de soluto e solvente da amostra.

Para dar uniformidade e rapidez à análise, o tubo de ensaio sob teste fica imerso no banho refrigerador a aproximadamente –7ºC. Variações na temperatura do banho refrigerador poderão variar o tempo necessário para se atingir o PLATEAU, assim como o seu tempo de duração.

4.4 Interpretação da Curva
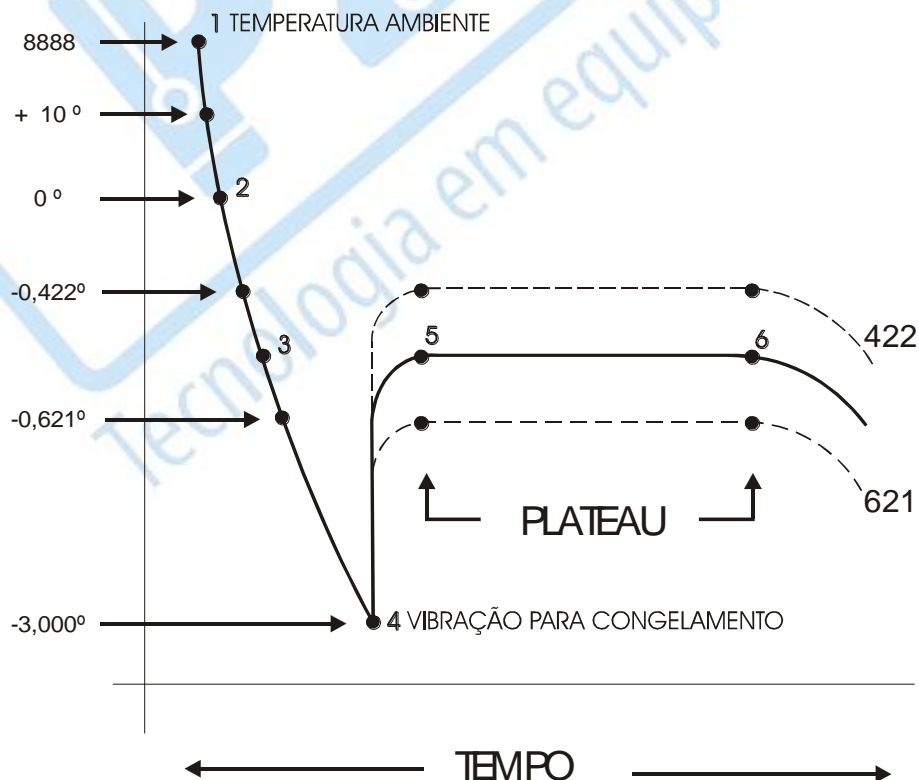
Figura 4: Temperaturas medidas pelo sensor.

A curva da Figura 4 fornece as temperaturas medidas pelo sensor no interior do tubo de ensaio, durante uma análise.

PONTO 1: Neste ponto se inicia o resfriamento rápido, com o sensor e o homogeneizador já dentro da amostra sob teste e o MOSTRADOR indicando (8 8 8 8). Ao atingir +10ºH o MOSTRADOR passará a indicar (0 0).

PONTO 2: Ao atingir o ponto “2” da curva, a temperatura no interior do tubo de ensaio estará a 0ºH e neste momento se iniciará a contagem, passando pelos pontos “-0,422ºH”, “3” e “-0621ºH”, até atingir o ponto “4” correspondente a temperatura de -3,000ºH.

PONTO 3: Ponto de congelamento do leite puro.

PONTO 4: Neste ponto a amostra sob teste recebe uma violenta vibração do homogeneizador com duração de aproximadamente 1 segundo, que congelará a amostra, iniciando a contagem regressiva pelo desprendimento do calor de fusão.

PONTO 5: Este é o ponto do princípio de equilíbrio térmico em que se inicia o “PLATEAU”.

PONTO 6: O intervalo entre os pontos “5” e “6” corresponde ao tempo em que a temperatura permanece estável, ou seja, ao “PLATEAU”. Atingindo o ponto “6”, o **CRIOSCÓPIO PZL-900** encerra a análise memorizando no MOSTRADOR o resultado do teste, ao mesmo tempo em que o cabeçote se levanta automaticamente ficando apto para a próxima operação.

OBS: Nesta mesma curva foram representadas mais duas situações: se o crioscópio estiver sendo calibrado com solução “-0,422” a curva corresponde à linha tracejada acima; com solução “-0,621” a curva corresponde à linha tracejada abaixo. Podemos observar pelas curvas a reação do sensor conforme a solução utilizada.

4.5 Curvas de Congelamento Irregulares

Nesta seção serão mostrados alguns efeitos que podem ocorrer prejudicando a resposta termodinâmica da curva de congelamento.
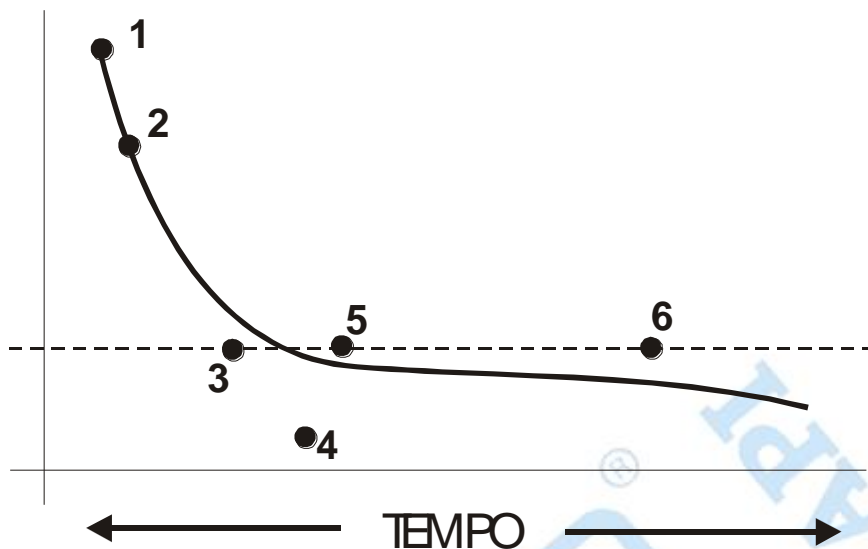
Figura 5: Queda do PLATEAU.

A Figura 5 indica que não houve um resfriamento rápido seguido de vibração mecânica e desprendimento do calor de fusão adequado no ponto “3”, e sim um congelamento progressivo, sem no entanto atingir a -3,000ºH. Neste caso houve a queda do “PLATEAU”.
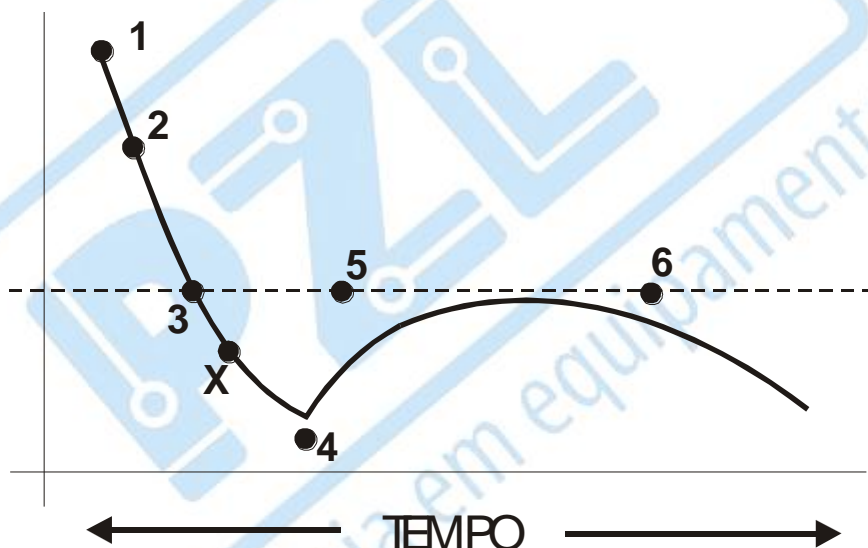
Figura 6: Sem PLATEAU.

No ponto x da Figura 6 ocorre um super congelamento da amostra e o desprendimento do calor de fusão se processou muito lentamente, não atingindo o nível necessário ao “PLATEAU”. Neste caso, diz-se que não houve “PLATEAU”.
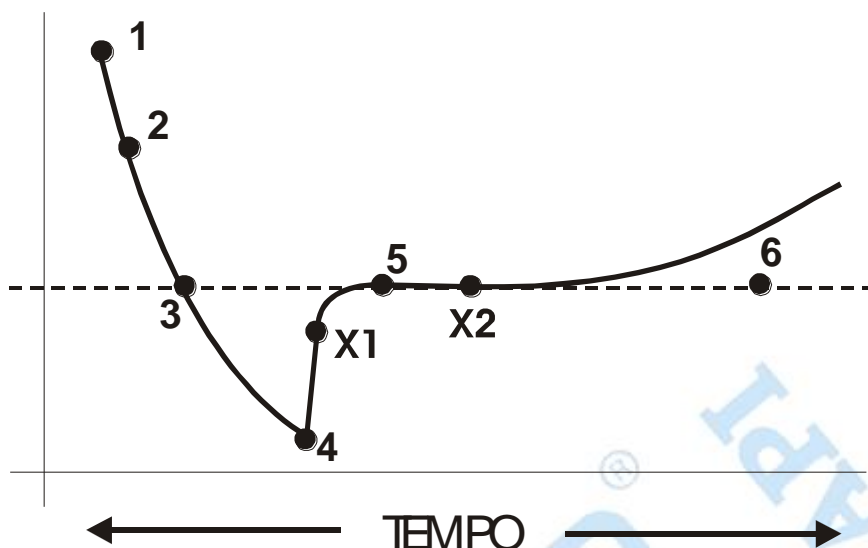
Figura 7: Crescimento do PLATEAU.

Na Figura 7 o resultado da curva indica que o “PLATEAU” não foi completado havendo um rápido desprendimento do calor de fusão (ponto X1), agravado por uma camada de ar quente (ponto X2) sobre o banho, não permitindo o completo congelamento da amostra. Neste caso diz-se que houve crescimento de “PLATEAU”.
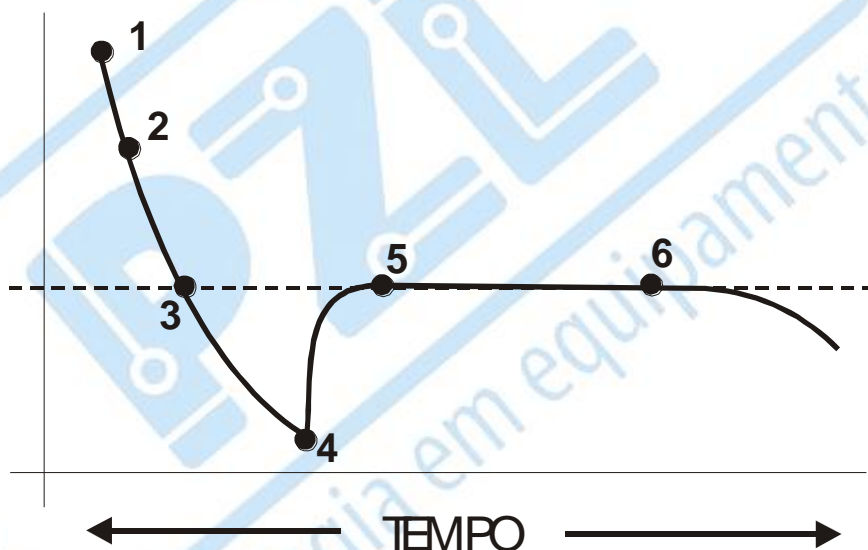
Figura 8: PLATEAU Plano Longo.

E, por último, apresentamos a Figura 8, onde o resfriamento do ponto “3” para o ponto “4” foi lento e o “PLATEAU” ultrapassou o ponto “6”, havendo dificuldade para o banho refrigerador extrair o calor de fusão da amostra. Neste caso temos um “PLATEAU” plano longo, seguido de queda lenta.

Se qualquer desses efeitos ocorrer durante uma análise, o **CRIOSCÓPIO PZL-900** indicará através do MOSTRADOR (E E E E) que se deve repetir o teste.

5 INSTALAÇÃO

Siga as recomendações e tome as precauções abaixo ao instalar o aparelho:

- Retire cuidadosamente o aparelho da embalagem de madeira;
- Verifique externamente se o transporte não danificou o aparelho;
- Instale o aparelho, de preferência, em sala com ar condicionado, porém longe do mesmo;
- Não instale o aparelho próximo a destiladores, sobre pias e ao lado de estufas com altas temperaturas;
- De preferência, não ligue qualquer outro equipamento na mesma tomada em que for ligado o aparelho;
- Coloque um tubo de ensaio no aparelho, mesmo vazio, para evitar que um acionamento incorreto possa danificar o sensor;
- Conecte o cabo de comunicação nos conectores localizados na parte posterior dos dois compartimentos REFRIGERADOR e DIGITALIZADOR exibidos na Figura 12 e Figura 13, respectivamente;
- Providencie um sistema de aterramento do gabinete. Esse procedimento assegura que os resultados obtidos não sofrerão interferências de ruídos elétricos oriundos da rede de energia, completando a segurança do operador contra riscos de possíveis “choques” por indução, o que é muito comum em ambientes de alta umidade, como normalmente são os laboratórios de lacticínios;
- Antes de ligar o aparelho, verifique se a tensão da rede local é realmente 220 V.

6 CONTROLES

O **CRIOSCÓPIO PZL-900** é constituído de duas partes: um compartimento REFRIGERADOR responsável pelo resfriamento da amostra a ser analisada e um compartimento DIGITALIZADOR destinado a fornecer o resultado da análise.

Na Figura 9 (frontal, pág.14) e Figura 10 (posterior, pág.15) podemos observar o posicionamento das teclas, dos calibradores e das chaves existentes nos dois compartimentos. É de suma importância que o operador familiarize-se com o posicionamento das teclas e chaves, bem como com os nomes das partes que envolvem a operação, tornando mais fácil a compreensão das instruções de operação e manutenção, contidas neste manual.

Para maior facilidade de visualização, a Figura 11 e a Figura 12 mostram respectivamente os controles existentes na parte frontal e posterior do compartimento DIGITALIZADOR e a Figura 13 e a Figura 14 mostram as partes lateral direita e posterior do compartimento REFRIGERADOR. Além disso, há uma breve descrição de cada controle.
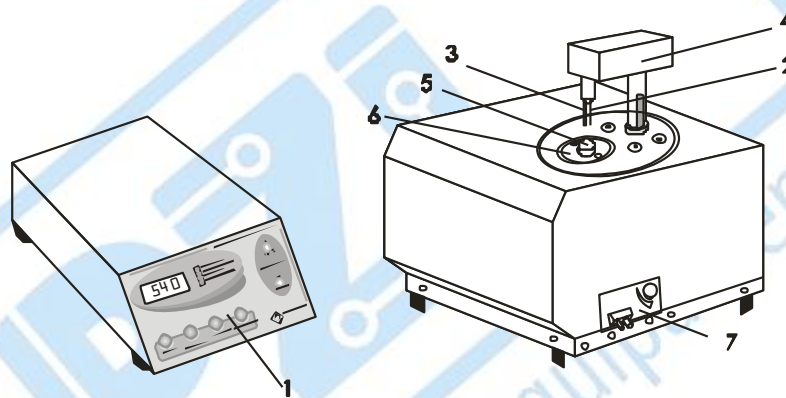
Figura 9: Vista frontal dos compartimentos REFRIGERADOR e DIGITALIZADOR.

1. Frontal do compartimento DIGITALIZADOR. (ver Figura 11, na pág.15 para maiores detalhes)
2. Homogeneizador
3. Sensor
4. Cabeçote
5. Tubo de ensaio
6. Entrada da câmara refrigeradora
7. Lateral direita do compartimento REFRIGERADOR. (ver Figura 14, na pág.18 para maiores detalhes).
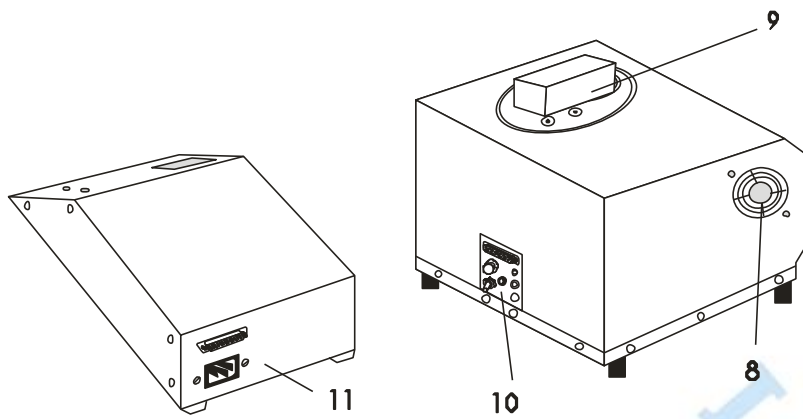
Figura 10: Vista posterior dos compartimentos REFRIGERADOR e DIGITALIZADOR.

8. Exaustor
9. Cabeçote
10. Vista posterior do compartimento REFRIGERADOR. (ver Figura 13, na pág.17 para maiores detalhes)
11. Vista posterior do compartimento DIGITALIZADOR. (ver Figura 12, na pág.16 para maiores detalhes).
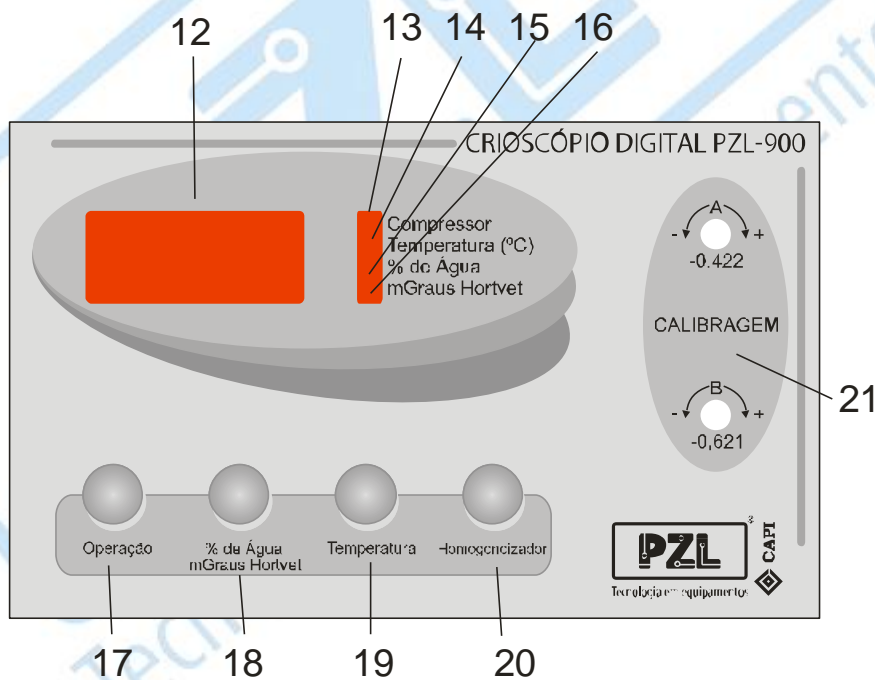
Figura 11: Vista frontal do compartimento DIGITALIZADOR.

12. MOSTRADOR: Indicador de resultados
13. LED Compressor: Indica acionamento do compressor
14. LED Temperatura: Indica que o dado no MOSTRADOR é a temperatura (graus Celsius) do banho refrigerador

15. LED % Água: Indica que o dado no MOSTRADOR é o resultado de uma análise em % de água
16. LED mºH: Indica que o dado no MOSTRADOR é o resultado de uma análise em mºH sem o sinal negativo
17. Tecla Operação: Quando pressionada inicia a análise. Se for pressionada novamente antes do final da análise, o cabeçote subirá e o MOSTRADOR indicará (E E E E)
18. Tecla % Água / mºH: Permite ao operador a escolha da forma como os resultados de uma análise serão indicadas no MOSTRADOR – Em % de água ou em mºH.
19. Tecla Temperatura: Quando pressionada indica no MOSTRADOR a temperatura do banho refrigerador e aciona o LED Temperatura. Pressionada novamente indica o conteúdo anterior do MOSTRADOR acionando o LED respectivo.
20. Tecla Homogeneizador: Quando pressionada indica (H H) no MOSTRADOR e serve para agitar o homogeneizador. É utilizada juntamente com o controle Ajuste do Homogeneizador (Figura 13, pág.17). Ver item "7" passo "0" (pág. 20 para maiores detalhes desse ajuste).
21. Controles "A" E "B": Esses controles destinam-se a calibração do aparelho. Não mexa nesses controles antes de ler o item "8", pág. 23 (CALIBRAÇÃO EXTERNA), pois seu uso incorreto poderá descalibrar o aparelho.
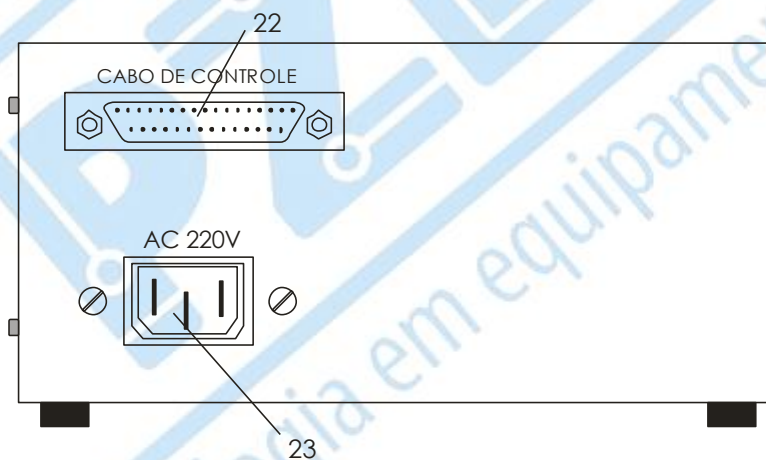
Figura 12: Vista posterior do compartimento DIGITALIZADOR.

22. Comunicação: Entrada para conector de comunicação entre os compartimentos REFRIGERADOR e DIGITALIZADOR
23. Entrada AC: Conecte aqui o plugue do cabo de alimentação proveniente do compartimento REFRIGERADOR (Figura 13, pág.17).
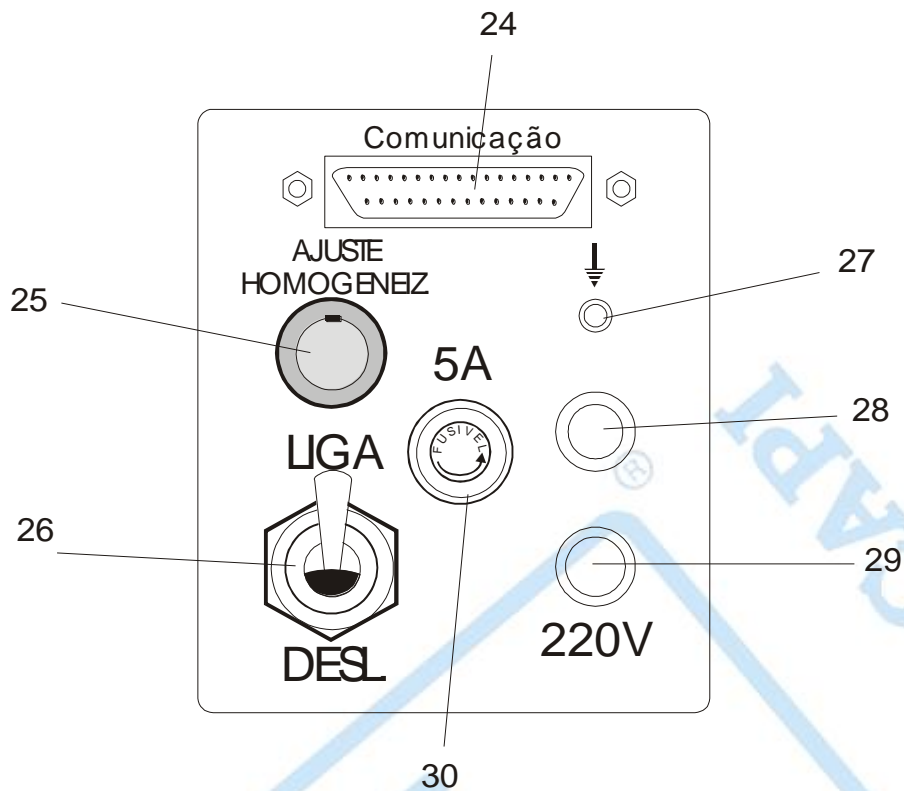
Figura 13: Vista posterior do compartimento REFRIGERADOR.

24. Comunicação: Entrada para o conector de comunicação entre os compartimentos REFRIGERADOR e DIGITALIZADOR.
25. Ajuste do Homogeneizador: Ajusta a amplitude de agitação do homogeneizador. Ver item “7“passo “0” (pág. 20) para sua utilização.
26. Chave Liga / Desliga
27. Fio Terra
28. Cabo de alimentação do compartimento DIGITALIZADOR: Ligue à entrada AC 220 V / 60 Hz do compartimento DIGITALIZADOR (Figura 12, pág.16).
29. Cabo de alimentação externa: Conecte a rede de 220 V / 60 Hz
30. Fusível 5A.
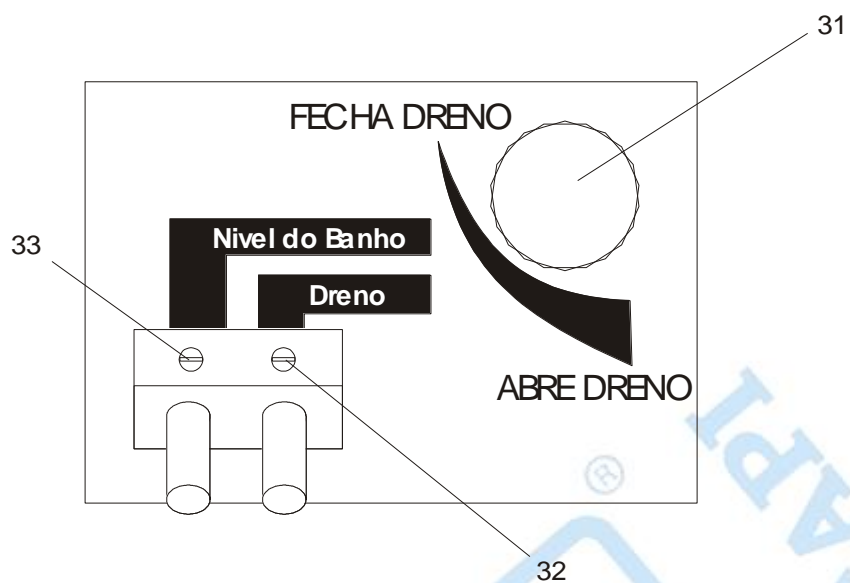
Figura 14: Vista lateral direita do compartimento REFRIGERADOR.

31. Torneira
32. Dreno
33. Escape (ladrão)

7 INSTRUÇÕES PARA OPERAÇÃO DO EQUIPAMENTO

Para uma correta operação do equipamento siga os passos abaixo:

a. Caso ainda não tenha feito, prepare a solução do banho refrigerador de acordo com a dosagem e composição abaixo:

1. Coloque em um recipiente 150 ml de água destilada.
2. Misture 150 ml de glicerina.
3. Misture 300 ml de álcool líquido (álcool líquido hidratado 92,8º).

> ATENÇÃO: NÃO use álcool gel, somente álcool líquido.

4. Agite bem, utilize o necessário e guarde o restante em um recipiente fechado e em local fresco e arejado.

> OBS: A capacidade do tanque refrigerador é de 500 ml. Os 100 ml restantes da fórmula acima serão utilizados para completar o nível do banho, conforme o passo b.

> IMPORTANTE: A solução do banho refrigerador deverá ser totalmente trocada a cada 20 (vinte) dias para evitar que fique congelada.

b. Encha a câmara refrigeradora (Figura 9, página 14) com a solução do banho refrigerador utilizando um funil até alcançar o nível, o que poderá ser notado na parte lateral direita (Figura 14, página 18) junto à torneira do dreno. É recomendável adicionar diariamente solução ao reservatório, mantendo o nível recomendado. A cada 20 dias deverá ser esgotado o reservatório, colocando-se solução nova.

c. Certifique-se que todos os passos do item INSTALAÇÃO – página 13 – foram seguidos. Caso contrário, volte e execute aqueles passos.

d. A fim de se obter uma boa análise é preciso que o tubo de ensaio possa se resfriar e que no seu interior tenhamos exatamente 2,5 ml de leite (ou solução padrão) e que tanto o sensor (que irá medir a temperatura) quanto o homogeneizador estejam bem centralizados. Na Figura 15 temos os exemplos A, B e C, onde o sensor está mal centralizado, podendo fornecer resultados distorcidos. No exemplo D temos o caso de sensor e homogeneizador bem centralizados. Na figura E mostramos como a agitação do homogeneizador forma um cone de leite (ou solução) analisado, fazendo com que seja importantíssimo que o tubo de ensaio contenha 2,5 ml de leite para que o sensor fique fora dele. Caso seja necessário, corrija a posição do sensor e do homogeneizador de seu aparelho.
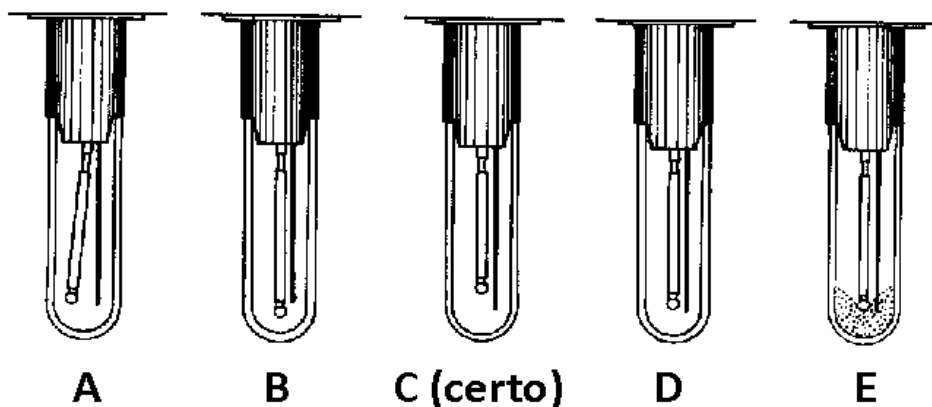
Figura 15: Posições do sensor e do homogeneizador dentro de um tubo de ensaio.

e. Conecte o cabo de alimentação em uma tomada onde a energia seja de 220 V / 60 Hz.
f. Ligue o interruptor (chave Liga / Desliga) existente na parte posterior do crioscópio (Figura 13, pág.17). Caso a instalação tenha sido feita corretamente e o aparelho estiver funcionando, o MOSTRADOR (Figura 11, pág. 15) deverá indicar (- - - -) e o LED Compressor (Figura 11, pág.15) acenderá. Se o cabeçote (Figura 9, pág. 14) estiver abaixado, este se levantará automaticamente.
g. Pressione a tecla Temperatura (Figura 11, pág.15) e aguarde 60 minutos, tempo este necessário para o perfeito equilíbrio térmico dos componentes e o total resfriamento do banho refrigerador. Após esse tempo, verifique se o MOSTRADOR indica uma temperatura entre -6.0ºC e -8.0ºC. Em caso afirmativo o aparelho estará pronto para ser operado.

   Enquanto estiver aguardando a estabilização térmica do aparelho, certifique-se de que o homogeneizador esteja com a amplitude de vibração correta (veja Figura 16). Para isto aperte a tecla Homogeneizador (Figura 11, pág.15) e observe se o curso de vibração no extremo do estilete é de aproximadamente 5 mm (1/4”).
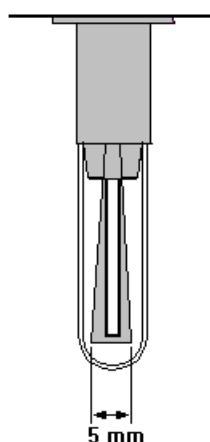
Figura 16: Amplitude de oscilação recomendada do homogeneizador.

Caso não seja, regule através do controle Ajuste do Homegeneizador na parte posterior do compartimento REFRIGERADOR (Figura 13, pág.17) até alcançar a amplitude recomendada, sendo que para a esquerda diminui a amplitude e para direita aumenta. Ao se executar essa operação o MOSTRADOR indicará (H H) e o homogeneizador começará a vibrar. Assim que outra tecla for pressionada o homogeneizador desligará.

h. Se o aparelho ainda não estiver calibrado vá ao item 8 (pág.23).

i. Após o aparelho estar calibrado com as soluções “-0,422” e “-0,621”, inicie o teste com o leite. Coloque 2,5 ml de leite em um tubo de ensaio limpo e totalmente seco, inicie o teste tomando todos os cuidados necessários com a limpeza das pontas do sensor e do homogeneizador.

j. Para iniciar o teste pressione a tecla Operação (Figura 11, pág. 15). O cabeçote abaixará e o MOSTRADOR indicará (8 8 8 8) por aproximadamente 5 segundos. Passando esse período de tempo, ele indicará (0 0) até que a temperatura da amostra atinja 0ºH, iniciando a contagem até 3000. Ao atingir esse valor, o homogeneizador provocará uma forte vibração mecânica que possibilitará o congelamento da amostra devido à perda de calor de fusão.

   O MOSTRADOR começará então, a retroceder a contagem até uma determinada temperatura (ºH) quando então estabilizará a contagem memorizando o conteúdo do MOSTRADOR, subindo o cabeçote e acendendo o LED correspondente a mºH ou % Água (Figura 11, pág. 15). É através dessa temperatura de congelamento que se determina a porcentagem de água contida no leite. Para maiores detalhes dessa conversão veja o APÊNDICE, pág.28.

> OBS: Caso a contagem não atinja 3000 em 2,5 minutos ou atinja, mas não estabilize em 5 minutos, a análise será abortada indicando (E E E E) no MOSTRADOR e subindo o cabeçote.

k. Caso a leitura do MOSTRADOR esteja em mºH e se deseje a leitura em % de água, aperte a tecla mºH / % Água (Figura 11, pág. 15). Apertando-se novamente essa tecla, volta-se a mostrar a leitura em % de água.

> OBS: Uma vez selecionada uma opção (mºH ou % Água), o mostrador indicará as próximas análises na opção selecionada. Caso o operador deseje mudar a forma de saída dos resultados deve selecionar a opção entre uma análise e outra. As teclas de seleção mºH / % Água, Homogeneizador e Temperatura tornam-se inativas durante uma análise .

l. Se, por qualquer motivo, o operador deseje abortar uma análise, deve apertar novamente a tecla Operação. O MOSTRADOR irá então indicar (E E E E) e o cabeçote subirá

m. Após uma análise, o operador poderá verificar a temperatura do banho refrigerador pressionando a tecla Temperatura. Pressionando novamente, o MOSTRADOR voltará a indicar a última leitura.

8 CALIBRAÇÃO EXTERNA

O **CRIOSCÓPIO PZL-900** passa por um rigoroso controle de qualidade, saindo da fábrica devidamente calibrado e lacrado internamente. Assim sendo, o operador irá fazer somente uma correção de desvio de calibração, quando houver necessidade, externamente.

É de primordial importância que se faça a verificação diária de possíveis desvios de calibração, utilizando para isto as soluções padrão "- 0,422" e "- 0,621", assegurando-se dessa forma, resultados confiáveis. Em princípio, recomenda-se verificar a calibração todos os dias. Com o passar do tempo, o operador perceberá na prática, o que poderá prolongar sistematicamente essa verificação.

Para efetuar a correção de desvio ou calibragem do crioscópio, o operador deverá familiarizar-se muito bem com o manuseio dos seus controles ("A" e "B"). A figura 17 nos mostra os dois locais de calibragem "A" e "B" ("BAIXO" e "ALTO").
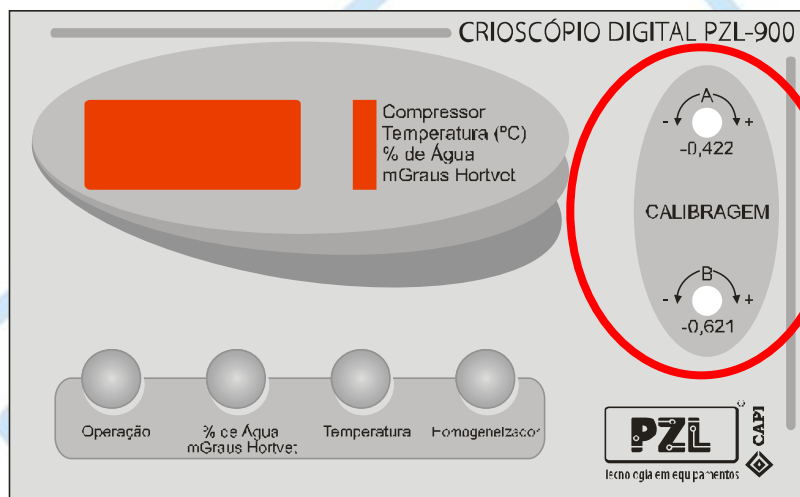
Figura 17: Vista frontal do compartimento DIGITALIZADOR.

O controle "A" destina-se à regulagem com a solução padrão "-0,422", sendo que cada volta completa do controle corresponde a 230 pontos (0,230ºH) de variação. O controle "B" destina-se a regulagem com a solução padrão "0,621", sendo que cada volta completa do controle corresponde a aproximadamente 20 pontos (0,020ºH) de variação. Estes controles, quando girados à esquerda (sentido anti-horário), fazem com que a leitura do MOSTRADOR diminua. Girados à direita (sentido horário), fazem com que a leitura aumente.

Lembre-se que os controles "A" e "B" são interativos, ou seja, qualquer variação em um dos controles alterará a calibração do outro.

Siga os passos abaixo para efetuar uma calibração precisa e correta:

a. Gire os controles "A" e "B" no sentido horário até sentir uma resistência mecânica.

b. Gire os controles “A” e “B”, no sentido anti-horário, até uma posição intermediária. A posição ideal para o início de calibração pode variar de um equipamento para outro. Neste seu equipamento, recomendamos que inicie a calibração girando o controle “A” ____ voltas e o controle “B” ____ voltas, sempre no sentido anti-horário.
c. Coloque 2,5 ml de solução “- 0,422” em um tubo de ensaio e 2,5 ml de solução “- 0,621” em outro tubo. Lembre-se que os tubos sempre devem estar limpos e totalmente secos.
d. Inicie sempre com a solução “- 0,422”, colocando o tubo de ensaio na câmara refrigeradora sob o cabeçote.
e. Aperte a tecla Operação. O cabeçote com o sensor abaixará e o MOSTRADOR indicará (8 8 8 8) e a seguir (0 0).
f. Após alguns instantes, o MOSTRADOR passará a incrementar seu valor (resfriamento da amostra) até 3000, quando então receberá uma forte vibração mecânica. Isso fará com que os valores no MOSTRADOR decrementem primeiro rapidamente (liberação do calor de fusão) e depois mais lentamente (início de PLATEAU). Quando a leitura no MOSTRADOR estabilizar por alguns segundos, gire o controle “A” no sentido anti-horário até que apareça no MOSTRADOR o resultado. Quando próximo ao valor, faça o movimento lentamente. O cabeçote subirá automaticamente quando a leitura no MOSTRADOR permanecer constante por 14 segundos.
g. Limpe muito bem com lenços de papel as pontas do sensor e do homogeneizador, não deixando nenhum resíduo remanescente que afetará diretamente o resultado do teste seguinte. Esta operação deve ser repetida sempre que se mudar de amostra.
h. Coloque o outro tubo com solução “-0,621” na câmara refrigeradora e pressione a tecla Operação.
i. A análise se comportará como no item “f”. Quando a leitura no MOSTRADOR estabilizar por alguns segundos, gire o controle “B” no sentido anti-horário até que apareça no MOSTRADOR o resultado 621.
j. Limpe a ponta do sensor e do homogeneizador corretamente, como no item “f”.
k. Verifique se a solução “-0,422” no tubo está totalmente descongelada. Caso haja gelo, segure (esfregue) o tubo procurando aquecê-lo entre as mãos.
l. Coloque novamente a amostra da solução “- 0,422” na câmara refrigeradora, pressione a tecla Operação e aguarde o resultado no MOSTRADOR. Se o resultado for 422 ± 2, ou seja, estiver entre 420 e 424, o aparelho está devidamente calibrado, podendo-se saltar diretamente para o item “r”.
m. Caso a leitura no MOSTRADOR saia do intervalo entre 420 e 424 no teste anterior, antes do término do mesmo dê um leve deslocamento no controle “A” até atingir 422. Se o valor era inferior a 420 (por exemplo: 418), o deslocamento deve ser no sentido

horário. Se o valor era superior a 424 (por exemplo: 425), faça o deslocamento no sentido anti-horário.

n. Sempre que houver necessidade de alterar um dos controles, não se esqueça de verificar o outro, que também sofreu alteração com esta nova calibração.

   Portanto, caso o passo "m" tenha sido necessário, coloque a solução "- 0,621" na câmara refrigeradora, pressione a tecla Operação e aguarde o resultado no MOSTRADOR. Se o resultado for 621 ± 2, ou seja, estiver entre 619 e 623, o aparelho está calibrado.

o. Caso a leitura no MOSTRADOR saia do intervalo entre 619 e 623 no teste anterior, antes do término do mesmo dê um leve deslocamento no controle "B" até atingir 621. Se o valor era inferior a 619 (por exemplo: 617), o deslocamento deve ser no sentido horário. Se o valor era superior a 623 (por exemplo: 624) faça o deslocamento no sentido anti-horário.

p. Os itens "l", "m", "n" e "o" devem ser repetidos quantas vezes forem necessárias até se conseguir 422 ± 2 e 621 ± 2.

q. Quando um teste não se completar por qualquer motivo, o cabeçote subirá e o MOSTRADOR indicará (E E E E), significando que se deve repetir a operação.

r. Faça seis testes em seqüência com uma mesma amostra após a calibração estar pronta. Isto é feito com a finalidade de verificar se o crioscópio está estabilizado, o que se conclui observando se os resultados dos testes permanecem sempre constantes, ou seja, respectivos com uma tolerância de ± 2. Não se esqueça de descongelar a amostra entre um teste e outro, bem como limpar a ponta do sensor e do homogeneizador.

Lembre-se que a calibração somente será necessária se os resultados das análises das soluções estiverem muito distantes dos valores dos próprios padrões, isto é, não há necessidade de se recalibrar o crioscópio quando os resultados das análises estiverem até 2 pontos acima ou abaixo da padrão de cada solução. Ou seja, se o resultado da análise da solução 422 ficar entre 420 e 424, não há necessidade de recalibrar. Do mesmo modo, se o resultado da solução 621 ficar entre 619 e 623.

9 RECOMENDAÇÕES

Para o máximo desempenho e durabilidade de seu aparelho, siga rigorosamente as recomendações abaixo:

a. Verifique se todas as instruções do item “5”, pág. 11 (INSTALAÇÃO) foram seguidas;

b. Não desloque nem transporte o crioscópio sem antes drenar (abrindo a torneira do dreno –Figura 14, pág.18) totalmente o tanque do banho refrigerador, colocar um tubo vazio no seu suporte, abaixar o cabeçote e desligar o aparelho;

c. Mantenha a torneira do dreno sempre bem fechada, não se esquecendo de fechá-la após esvaziar o tanque;

d. Guarde a embalagem de madeira do crioscópio, pois a mesma poderá ser útil para uma eventual remessa do mesmo para a fábrica para revisões ou para transporte de um ponto para outro;

e. Verifique diariamente a calibração, faça testes de repetitividade, verifique o nível do banho refrigerador e note se o LED Compressor está ligando e desligando regularmente;

f. Quando encerrar a utilização do aparelho, limpe bem o sensor para evitar que resíduos de outras soluções possam mascarar futuras análises;

g. Nunca cubra o aparelho, a menos que ele esteja desligado;

h. Sempre mantenha no aparelho um tubo de ensaio, mesmo que vazio, para evitar que um acionamento incorreto possa danificar o sensor.

10 GARANTIA E ASSISTÊNCIA TÉCNICA

10.1 Termo de garantia

Os equipamentos fabricados pela **PZL Indústria Eletrônica Ltda** são garantidos por 12 (doze) meses a partir da dada de aquisição. A garantia se estende aos componentes mecânicos, elétricos e eletrônicos neles utilizados.

Excluem-se desta garantia os defeitos causados pelo mau uso do equipamento, pelas más condições da rede elétrica de alimentação, quedas, condições anormais de funcionamento, armazenagem, transportes e fenômenos externos, atmosféricos ou não, que possam provocar defeitos no aparelho, ou por incidentes de ordem física ou elétrica.

Este termo de garantia ficará automaticamente cancelado em caso de alteração no circuito original, mudança dos componentes nele utilizados ou tentativas de manutenção por pessoas não autorizadas.

10.2 Assistência técnica

No caso de quaisquer defeitos ocasionados por falhas nos componentes ou defeitos de fabricação, durante o período de garantia, a assistência técnica será oferecida sem ônus para o cliente no que tange à reposição de peças e respectiva mão-de-obra. **A viagem ou estadia do técnico será por conta do cliente, uma vez que o atendimento no domicílio não está incluso na garantia.**

Caso o cliente opte por remeter o equipamento defeituoso para reparos à sede de nossa fábrica, localizada na cidade de Londrina - PR., deverá haver prévia comunicação a **PZL**, para que a mesma defina expressamente a transportadora a ser utilizada. No caso da não observância desta determinação e o cliente enviar por uma transportadora não autorizada pela **PZL**, os fretes de remessa, bem como os seguros e taxas adicionais que por ventura se tornem necessários correrão por conta do próprio cliente

As alterações ou modificações por evoluções técnicas ou tecnológicas que venham a ser introduzidas em nossos equipamentos não nos obrigam a introduzi-las nos equipamentos já em posse de nossos clientes.

OBS.: A NECESSIDADE DE MANUTENÇÃO NOS APARELHOS NÃO ISENTA O COMPRADOR DA QUITAÇÃO DE SEUS DÉBITOS NOS DEVIDOS VENCIMENTOS. DIANTE DE QUALQUER ATRASO NOS PAGAMENTOS, A GARANTIA FICARÁ AUTOMATICAMENTE SUSPENSA.

APÊNDICE

O **CRIOSCÓPIO PZL-900** é específico para detectar a adição de água ao leite, podendo acusar desde 0,2% de água adicionada, com precisão e confiabilidade, assegurando ao seu usuário verificar a qualidade de uma amostra de leite em cerca de 2,5 minutos.

O exame é feito pela medida do ponto de congelamento da amostra, não influindo no resultado o teor de gordura existente, bem como os demais elementos que compõem o leite, mas tão somente à água que foi adicionada ou outras substâncias estranhas como as relacionadas no item “d” de Observações na página 31.

O ponto de congelamento do leite puro costuma variar ligeiramente conforme a região onde o mesmo é coletado, havendo também uma pequena variação conforme a estação do ano, raça do gado, alimentação, tempo de lactação, vacinação, etc. É do conhecimento geral que o leite normal compõe-se de mais ou menos 87% de água e aproximadamente 13% de extrato seco total, sendo que o leite nestas condições congelará a uma temperatura de -0,550ºH, a qual poderá variar conforme o local e/ou a estação do ano, nunca sendo inferior a -0,540ºH e superior a -0,560ºH.

Normas do Ministério da Agricultura no Brasil permitem a tolerância do leite com crioscopias de -0,530ºH (leite C pasteurizado ou “in-natura”) e -0,535ºH (leite B).

Lembre-se que no MOSTRADOR indicativo dos resultados, não aparece o sinal negativo (-) que caracteriza as temperaturas abaixo de zero, fato este que não altera a confiabilidade dos resultados obtidos no crioscópio. A seguir são fornecidas as tabelas que relacionam as leituras em miligraus Hortvet à quantidade de água no leite, bem como a fórmula de conversão.

Tabela 1: Porcentagem de água adicionada no leite. "Leite Padrão" =-0,540 ºH

LEITURA (ºH)	%DE ÁGUA	LEITURA (ºH)	% DE ÁGUA	LEITURA (ºH)	% DE ÁGUA
-0,540	0	-0,516	4,8	-0,492	9,6
-0,539	0,2	-0,515	5,0	-0,491	9,8
-0,538	0,4	-0,514	5,2	-0,490	10,0
-0,537	0,6	-0,513	5,4	-0,489	10,2
-0,536	0,8	-0,512	5,6	-0,488	10,4
-0,535	1,0	-0,511	5,8	-0,487	10,6
-0,534	1,2	-0,510	6,0	-0,486	10,8
-0,533	1,4	-0,509	6,2	-0,485	11,0
-0,532	1,6	-0,508	6,4	-0,484	11,2
-0,531	1,8	-0,507	6,6	-0,483	11,4
-0,530	2,0	-0,506	6,8	-0,482	11,6
-0,529	2,2	-0,505	7,0	-0,481	11,8
-0,528	2,4	-0,504	7,2	-0,480	12,0
-0,527	2,6	-0,503	7,4	-0,479	12,2
-0,526	2,8	-0,502	7,6	-0,478	12,4
-0,525	3,0	-0,501	7,8	-0,477	12,6
-0,524	3,2	-0,500	8,0	-0,476	12,8
-0,523	3,4	-0,499	8,2	-0,475	13,0
-0,522	3,6	-0,498	8,4	-0,474	13,2
-0,521	3,8	-0,497	8,6	-0,473	13,4
-0,520	4,0	-0,496	8,8	-0,472	13,6
-0,519	4,2	-0,495	9,0	-0,471	13,8
-0,518	4,4	-0,494	9,2	-0,470	14,0
-0,517	4,6	-0,493	9,4		

NOTA: Quando o resultado encontrado for menor que -0,469ºH, indica que o leite está com mais de 14,2% de água adicionada. Assim, com a fórmula (2), o operador saberá exatamente a porcentagem de água adicionada.

Quadro 01

$$X(\%) = -\left(A_{-0,540} - B\right) \times C = \left(B - A_{-0,540}\right) \times C \qquad (1)$$

Onde: X = Porcentagem de água
$A_{-0,540}$ = -0,540 (Padrão)
B = Resultado obtido
C = 200 (Constante)

Substituindo os valores de $A_{-0,540}$ e C na Equação (1)

$$X(\%) = (B + 0{,}540) \times 200 \qquad (2)$$

Exemplo de Cálculo 1

B = Resultado encontrado = -0,345ºH

Cálculo utilizando a Equação (2):

$$X(\%) = (-0{,}345 + 0{,}540) \times 200$$
$$X(\%) = (0{,}195) \times 200 = 39{,}0\%$$

Tabela 2: Porcentagem de água adicionada ao leite. “Leite Padrão”=-0,550ºH.

LEITURA (ºH)	% DE ÁGUA	LEITURA (ºH)	% DE ÁGUA	LEITURA (ºH)	% DE ÁGUA	LEITURA (ºH)	% DE ÁGUA
-0,540	2,0	-0,521	5,8	-,0502	9,6	-0,483	13,4
-0,539	2,2	-0,520	6,0	-0,501	9,8	-0,482	13,6
-0,538	2,4	-0,519	6,2	-0,500	10,0	-0,481	13,8
-0,537	2,6	-0,518	6,4	-0,499	10,2	-0,480	14,0
-0,536	2,8	-0,517	6,6	-0,498	10,4	-0,479	14,2
-0,535	3,0	-0,516	6,8	-0,497	10,6	-0,478	14,4
-0,534	3,2	-0,515	7,0	-0,496	10,8	-0,477	14,6
-0,533	3,4	-0,514	7,2	-0,495	11,0	-0,476	14,8
-0,532	3,6	-0,513	7,4	-0,494	11,2	-0,475	15,0
-0,531	3,8	-0,512	7,6	-0,493	11,4	-0,474	15,2
-0,530	4,0	-0,511	7,8	-0,492	11,6	-0,473	15,4
-0,529	4,2	-0,510	8,0	-0,491	11,8	-0,472	15,6
-0,528	4,4	-0,509	8,2	-0,490	12,0	-0,471	15,8
-0,527	4,6	-0,508	8,4	-0,489	12,2	-0,470	16,0
-0,526	4,8	-0,507	8,6	-0,488	12,4	-0,469	16,2
-0,525	5,0	-0,506	8,8	-0,487	12,6	-0,468	16,4
-0,524	5,2	-0,505	9,0	-0,486	12,8	-0,467	16,6
-0,523	5,4	-0,504	9,2	-0,485	13,0	-0,466	16,8
-0,522	5,6	-0,503	9,4	-0,484	13,2	-0,465	17,0

NOTA: Quando o resultado encontrado for menor que -0,463ºH, indica que o leite está com mais de 17,4 % de água adicionada. Assim, aplicando a fórmula (4), o operador terá condições de saber exatamente a porcentagem de água adicionada.

Quadro 02

$$X(\%) = -\left(A_{-0,550} - B\right) \times C = \left(B - A_{-0,550}\right) \times C \qquad (3)$$

Onde: X = Porcentagem de água
$A_{-0,550}$ = -0,550 (Padrão)
B = Resultado obtido
C = 200 (Constante)

Substituindo os valores de $A_{-0,550}$ e C na Equação (3)

$$X(\%) = (B + 0,550) \times 200 \qquad (4)$$

Exemplo de Cálculo 2

B = Resultado obtido = -0,345ºH

Cálculo utilizando a Equação (4):

$$X(\%) = (-0,345 + 0,550) \times 200$$
$$X(\%) = (0,205) \times 200 = 41,0\%$$

Nos dois exemplos encontramos 39,0% e 41,0% de água acrescida com o mesmo resultado encontrado (-0,345 ºH). Isto porque utilizamos valores de referência diferentes (550 e 540).

Observações

Se o resultado obtido for acima de -0,560ºH, recomendamos verificar os itens abaixo:

a. Se a amostra está homogênea;
b. Se o leite contém colostro;
c. Se a acidez está normal (até 17º. D)
d. Se existem fraudes tais como:
   - Substâncias alcalinas
   - Cloretos
   - Sacarose
   - Urina
e. Lembramos também que os animais em tratamento com antibióticos podem vir a fornecer leite cujos testes terão resultado anormal.